

COMPOSITE BODY AND ITS PRODUCTION

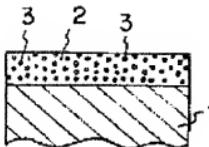
Publication number: JP6184750
Publication date: 1994-07-05
Inventor: AIDA HIROSHI
Applicant: KYOCERA CORP
Classification:
- **international:** B23P15/28; C23C16/26; C23C16/30; C30B29/04;
B23B27/14; B23P15/28; C23C16/26; C23C16/30;
C30B29/04; B23B27/14; (IPC1-7): B23B27/14;
C23C16/26; B23P15/28; C23C16/30; C30B29/04
- **european:**
Application number: JP19920342987 19921224
Priority number(s): JP19920342987 19921224

[Report a data error here](#)

Abstract of JP6184750

PURPOSE: To produce an composite body having characteristics of a diamond or a cubic boron nitride on a base surface inexpensively and to appropriately use it as a cutting tool and various abrasion resistance parts.

CONSTITUTION: The composite body covered with a composite film dispersing and incorporating hard particles 3 of diamond particles or cubic BN particles in a matrix 2 on the base body 1 surface is obtained by providing the base body in a reaction furnace and introducing reaction gas for forming a metal or ceramic and depositing the matrix 2 consisting of the metal or ceramic on the body 1 surface and simultaneously depositing the hard particles 3 of the diamond particles or cubic BN particles on the body 1 surface.



Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-184750

(43)公開日 平成6年(1994)7月5日

(51)Int.Cl.³

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 23 C 16/26

7325-4K

B 23 P 15/28

A 7041-3C

C 23 C 16/30

7325-4K

C 30 B 29/04

X 7821-4G

// B 23 B 27/14

A 9326-3C

審査請求 未請求 請求項の数2(全4頁)

(21)出願番号 特願平4-342987

(71)出願人 000006633

(22)出願日 平成4年(1992)12月24日

京セラ株式会社
京都府京都市山科区東野北井ノ上町5番地
の22

(72)発明者 会田 比呂史

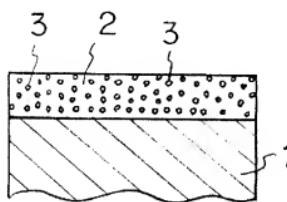
鹿児島県国分市山下町1番4号 京セラ株
式会社総合研究所内

(54)【発明の名称】 複合体およびその製法

(57)【要約】

【構成】 反応炉内に基体を設置するとともに、金属又はセラミックス生成用反応ガスを導入し、基体1の表面に金属又はセラミックスからなるマトリックス2を折出させると同時に基体1表面にダイヤモンド粒子あるいは立方晶窒化ホウ素粒子の硬質粒子3を堆積させて、基体1表面にマトリックス2中にダイヤモンド粒子あるいは立方晶窒化ホウ素粒子の硬質粒子3を分散含有する複合膜を被覆した複合体を得る。

【効果】 基体表面にダイヤモンドや立方晶窒化ホウ素特性を有した複合体を安価に製造することができ、切削工具や各種の耐摩耗部品として好適に利用することができる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】基体表面に、気相法により生成された金属又はセラミックスまたはそれらの混合体からなるマトリックス中にダイヤモンド粒子あるいは立方晶窒化ホウ素粒子を分散含有する複合膜を被覆したことを特徴とする複合体。

【請求項2】反応炉内に基体を設置するとともに、金属又はセラミックス生成用反応ガスを導入し、前記基体の表面に金属又はセラミックスを析出させると同時に前記基板表面にダイヤモンド粒子あるいは立方晶窒化ホウ素粒子を堆積させることを特徴とする複合体の製法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、ダイヤモンド粒子や立方晶窒化ホウ素粒子などの硬質粒子を含有する複合膜を形成した複合体およびその製法に関し、特に切削工具や耐摩耗材料に適した複合体に関するもの。

【0002】

【從来技術】從来より、セラミックスは、所定のセラミック原料粉末を成形し焼成することによって製造され、そのモノリシック材料の優れた特性を広い分野に適用してきたが、さらなる特性の向上を図るために、近年、特性の異なる物質同士の複合材料が開発されている。

【0003】代表的な複合材料としては、ウイスカなどの繊維体や特殊な粒子（超微粒子を含む）などを所定の材料中に分散させて機械的特性を高めたものが知られている。また、所定の基板表面に特定のセラミックスからなる膜を形成することにより基板材料の表面特性を改善するなどの試みが行われている。

【0004】一方、セラミックからなる膜を形成する代表的な方法として、気相成長法（CVD法）が知られている。この気相成長法は、例えば、セラミックを生成可能な複数種の反応ガスを、内部に基体が設置された所定の反応炉内に導入し、気相中ににおいて反応ガス同士を反応させて基体表面にセラミック膜を形成するものである。このような成長方法によれば、焼結法によるセラミックスに比較して焼結助剤等を含まないために高純度であり、そのセラミックスの本来の特性を引き出すことができるところから、その応用研究が進められている。

【0005】その具体的な例としては、超硬合金やセラミックなどの基体表面に高硬度の材料として知られるダイヤモンドを気相成長法により析出させることにより耐摩耗性を向上させ、切削工具やその他の耐摩耗部品に適用することが検討されている。その他、立方晶窒化ホウ素もダイヤモンドと並び高硬度の材料として各種の応用が進められている。

【0006】

【発明が解決しようとする問題点】しかしながら、從来のダイヤモンドや立方晶窒化ホウ素などの硬質膜を被覆した複合体によれば、硬質膜と基体との密着性が小さい

ために剥離が生じやすく、その利用分野が限られるなどの制約があり、しかも例えれば從来の気相成長法によれば、ダイヤモンド膜の成長速度が非常に遅いために量産性に欠け、コストが高くなるという問題がある。

【0007】また、ダイヤモンドや立方晶窒化ホウ素などの膜以外のセラミック膜を形成する場合においても、高速で成長させることが必要であるが、その場合、膜中に積層欠陥が大量に形成されるために内部応力が大きくなり、合成した膜に亀裂が生じるという問題があった。

10 しかし、気相成長法の特有の性質として、焼成時の結晶の配向により結晶が片状に大きくなり、この結晶の異常成長粒子により膜自体の強度が低下し、膜中の応力により膜が破損する等の問題があった。

【0008】

【問題を解決するための手段】本発明者は、上記の問題点に対して検討を重ねた結果、所定の基体表面にセラミックスを從来法の気相成長法により生成させると同時に、ダイヤモンド粒子あるいは立方晶窒化ホウ素粒子を基板に堆積させることにより、セラミック膜中にダイヤモンド粒子あるいは立方晶窒化ホウ素粒子からなる硬質粒子を分散させることができ、それによりマトリックスを構成する金属又はセラミックスの特性を高めることができることを見出した。

【0009】即ち、本発明は、所定の基体表面に、金属又はセラミックスまたはそれらの混合体からなり、且つ気相法により生成されたマトリックス中にダイヤモンド粒子あるいは立方晶窒化ホウ素粒子を分散含有する膜を被覆したことを特徴とする複合体に関するもので、かかる複合体の製法として、反応炉内に基体を設置するとともに、金属又はセラミックス生成用反応ガスを導入し、前記基板表面に金属又はセラミックスを析出させると同時に前記基板表面にダイヤモンド粒子あるいは立方晶窒化ホウ素粒子を堆積させることを特徴とするものである。

【0010】

【作用】本発明によれば、反応ガスによりマトリックス成分を析出せると同時に、基体表面にダイヤモンド粒子や立方晶窒化ホウ素粒子などの硬質粒子を堆積させることにより、図1に示すように、基体1の表面に、マトリックス2中にダイヤモンド粒子あるいは立方晶窒化ホウ素粒子の硬質粒子3を分散含有する複合膜を被覆した複合体を得ることができる。このように膜中に硬質粒子を含有させることにより、膜自体の特性向上させるとともに、その表面にダイヤモンドや立方晶窒化ホウ素の特性を有した複合体を安価に製造することができる。

【0011】硬質粒子と基体とはその熱膨張係数差が大きいために密着性が低いが、本発明によれば、膜中の硬質粒子の含有量を内部から表面にかけて多く存在させると、基体の熱膨張係数に近似したマトリックスを選択することにより、膜の基体との密着性を向上することがで

きる。

【0012】また、ダイヤモンド粒子の分散により膜のマトリックス成分の結晶成長が抑制され、巨大な柱状結晶粒の生成を防止し、比較的の微細な結晶粒からなるマトリックスを得ることができる。これにより、巨大な柱状

結晶粒による膜の破壊が防止される。
〔0013〕さらに、本発明の方法によれば、マトリックス成分のみの親相成長法による成膜に比較して硬質粒子が堆積することから膜全体の形成速度を高めることができる。

{0014}

【実施例】以下、本発明を図面を参照しつつ説明する。
 図1は、本発明の複合体を製造するための膜形成装置概略配置図である。図中、4は反応炉、5は基体、6は膜生成用反応ガス導入管、7は硬質粒子導入管、8は基体を加熱するためのヒーター、9は被覆粒子の保持容器である。基体5は炉壁よりも7.0°C低くなるようにガス吹却をほどこしており、熱泳動によって硬質粒子が効率よく融中に取り込まれるようにしている。

〔0015〕本発明によれば、反応炉4内に所定の基体5を設置し、その反応炉4にマトリクス生成の反応ガスをガス導入管8から反応炉4内に導入する。一方、容器9には粒径が0.1乃至0.1μm程度の超微粒ダイヤモンド粒子や立方品石墨化ウツなどの硬質粒子が設置されており、容器内に間欠的に水素ガスなどのガスを流すことにより、硬質粒子が導入管7を通して反応炉4内に輸送される。硬質粒子が輸送するためのキャリアガスとしては、窒素やAr等の不活性ガスの他に、水素や

マトリックス生成反応式を用いることができる。
[0016] そして、基体5をヒータ8と冷却用のガスにより所定の温度に設定することにより、基体5表面近傍にて反応ガスの分解および反応により基体表面にマトリックスが析出する。一方、反応ガス中に輸送された硬質粒子はマトリックス膜の形成とともに基体表面に堆積し、これにより硬質粒子は膜中に取り込まれる。膜中の硬質粒子量を変えるにはキャリアガスの間欠的導入回数を増やしたり、流量を変えることで任意に制御することができる。

【0017】例えば、織の生成初期には硬質粒子を導入せずに、徐々にキャリアガスの間歇的導入回数を増やすことにより、図3の他の実施例を示す断面図に示すように、基体1上にその表面はほどマトリックス2中の硬質粒子3の含有量の多い複合層が形成される。

【0018】得られる複合膜は、基体1の表面に形成したままの状態で使用してもよいし、膜厚の大きい複合膜を形成した後に基体1を除去して複合膜単体として用いることも可能である。

【0019】本発明において、硬質粒子を分散含有する金属やセラミックスなどのマトリックス成分としては、窓化珪素、炭化珪素およびアルミニナなどのセラミックス

や、タンゲステンやモリブデンなどの高融点金属、あるいはその他の金属の酸化物、炭化物、窒化物、炭窒化物、ホウ化物、ケイ化物等が挙げられ、これらも適宜組み合わせて用いることができる。

【0020】本発明における複合膜中の硬質粒子は、複合膜中に10～80体積%、好ましくは30～65体積%の割合で分散含有されることが望ましく、10体積%以下では複合体の特性はマトリックス単体膜に比べて大きな向上はなく、80体積%以上になると硬質粒子が低密度で集するためその間隙にボイドが形成されて密着力が低下する。

〔0.021〕以下、本発明を具体的な例で説明する。

示例 1

図2において、ダイヤモンド粒子（粒径0.05~0.1 μm）を入れた容器9にArガスを通過させ、ダイヤモンド粒子を不活性ガス中に浮遊させて反応炉4に導入した。一方、水素ガスをキャリアガスとしてメタルチロクロシンガスを15%の濃度で混合して反応ガスを反応炉4内に5リットル/minの流量で導入した。そして、炭化珪素質焼結体からなる基板5を1500°Cにヒータ8により加熱し、炭化珪素を15分間析出せしと同時にダイヤモンドを堆積させ、膜厚3.6 μmの複合膜を作製した。

【0022】得られた複合膜は、ダイヤモンド粒子を16体積%の割合で含んでいた(試料1)。また、容器9に流すアガスの量を1/2として同様の条件下で堆積させた。その結果、膜中にダイヤモンドが7体積%含まれていた(試料2)。さらに、比較のためにダイヤモンドを堆積させることなく、成膜を行い、3.5 μmの炭化珪素膜を形成した(試料3)。上記のようにして得られた複合膜に対してビンディングスク法を用いて摩耗テストを測定したところ、試料1の複合膜は、炭化珪素膜を形成した試料3に比べて摩耗量が3.0%減少した。また、試料2の複合膜では試料3に比較して6.0%の摩耗量の減少が見られた。

【0023】实施例2

実施例1と同様に、ダイヤモンド粒子（50体積%）と立方晶空窒化ホウ素粒子（50体積%）の硬質粒子を入れた容器Qに水素ガスを通過させ、廻路Aを反応槽A内

に導入した。一方、水素ガスをキャリアガスとしてジクロロシランとアンモニアガスをそれぞれキャリアガスに対して8%の濃度で混合した反応ガスを反応炉内に3リットル/m inの流量で導入した。そして、窒化珪素被膜結体からなる基板5を1300℃にてヒータ8により加熱し、窒化珪素を析出させると同時に硬質粒子を堆積させ、膜厚10μmの窒化珪素をマトリックスとしてダイヤモンドおよび立方晶窒化ホリ素の硬質粒子を含む複合膜を形成した。得られた膜は、硬質粒子を41体積%の割合で含んでいた(試料4)。

[0024] また、アーチガスの導入回数を2倍にして上

記と同様の条件で合成したところ 6.4 体積%の硬質粒子を含有する複合膜が形成された（試料 5）。

【0025】さらに容器 9 に流す Ar ガスの量を 3 倍としたところ 7.5 体積%の硬質粒子を含有する複合膜が形成された（試料 6）。

【0026】また、比較例として硬質粒子を体積せずに 1.0 μm の厚みの窒化珪素単体膜を形成した（試料 7）。

【0027】上記のようにして得られた複合材に對して実施例 1 と同様にして摩耗テストを実施したところ、試料 4 より試料 5 の複合体では、窒化珪素単体膜の試料 7 に比較して摩耗量が 5.2% より 6.7% それぞれ減少した。また、試料 8 は、試料 7 に比較して摩耗量が 6.7% 減少した。

【0028】実施例 3

実施例 1 において、容器 9 に導入する Ar ガスの導入量を成長過程で変化させてダイヤモンドのみを 5 体積% 含有する膜を 2 μm の厚みで形成した後、その上のダイヤモンドのみを 2.0 体積% 含有する膜を 4 μm の厚みで形成し、さらにその上にダイヤモンドのみを 6.0 体積% 含有する膜を 4 μm の厚みで形成した（試料 8）。得られた複合材に對して実施例 1 と同様にして摩耗テストを実施したところ、実施例 2 における窒化珪素単体膜からなる試料 6 に比較して、試料 8 は、摩耗量が 7.5% 減少した。

【0029】

【発明の効果】以上、詳述した通り、本発明によれば、*

* マトリックス中に熱伝導性、電気絶縁性、硬度等に優れるダイヤモンド粒子を分散含有する複合膜を形成することにより、例えは耐摩耗性などの膜自身の特性を向上させるとともに、その表面にダイヤモンドや立方晶窒化ホウ素特性を有した複合体を安価に製造することができる。これにより、かかる複合体を切削工具や各種の耐摩耗部品に応用することにより摩耗性を向上させることができる。しかも、ダイヤモンドの特性を各種の部品に生かすことができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明の複合体の一実施例を示すための断面図を示す。

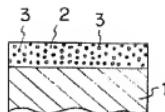
【図 2】本発明の複合体を製造するための膜形成装置の概略配置図である。

【図 3】本発明の複合体の他の実施例を示すための断面図を示す。

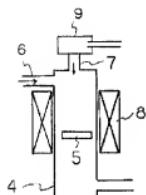
【符号の説明】

- 1 基体
- 2 マトリックス
- 3 硬質粒子
- 4 反応炉
- 5 基体
- 6 反応ガス導入管
- 7 硬質粒子導入管
- 8 ヒータ
- 9 硬質粒子容器

【図 1】



【図 2】



【図 3】

